

PAT-NO: JP411065340A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11065340 A

TITLE: FIXING ROLLER AND MANUFACTURE THEREOF

PUBN-DATE: March 5, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

MATSUO, MINORU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

RICOH CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP09229044

APPL-DATE: August 26, 1997

INT-CL (IPC): G03G015/20, F16C013/00

ABSTRACT:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a fixing roller capable of extending the region of crystallization heating temperature and excellent in heating accelerating effect by making particles of a phase transition heating material generating heat energy at the time of phase transition from amorphous phase to the crystal phase into an aggregated lump formed by being reduced in the solution of bonding agent.

**SOLUTION:** This fixing roller 1 is provided with a hollow cylindrical core bar 2, for example. As the material of the bar 2, aluminum, the alloy thereof, stainless steel or the like is used. Then, a phase transition heating layer 5 is formed on the outside circumference of the bar 2. The layer 5 is formed by dispersing the grains 3 consisting of the aggregated lump formed by being reduced in the solution of the bonding agent in the bonding agent 4. A protection layer 6 is formed on the outside circumference of the layer 5. Then, the layer 5 is covered with the layer 6 and sealed so that the grains 3 are prevented from flowing out when they are melted. Besides, the layer 6 is provided with releasing property for preventing toner from being stuck.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-65340

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月5日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

G 0 3 G 15/20

F 1 6 C 13/00

識別記号

1 0 3

F I

G 0 3 G 15/20

F 1 6 C 13/00

1 0 3

C

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平9-229044

(22) 出願日 平成9年(1997) 8月26日

(71) 出願人 000006747

株式会社リコー

東京都大田区中馬込1丁目3番6号

(72) 発明者 松尾 稔

東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式

会社リコー内

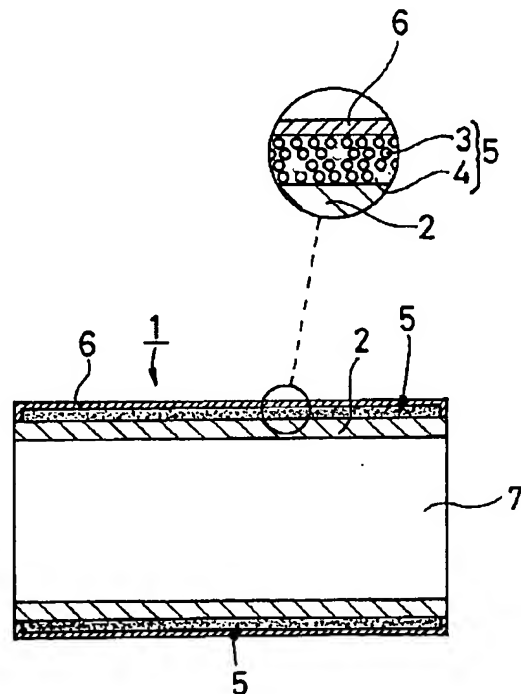
(74) 代理人 弁理士 西脇 民雄

(54) 【発明の名称】 定着ローラ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子を結着剤に分散させた相転移発熱層を有する定着ローラにおいて、結晶化発熱温度領域を広げることができ、これにより加熱促進効果が優れた定着ローラと良好な相転移発熱層を有する定着ローラの製造方法を提供する。

【解決手段】 この発明は、非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子3を結着剤4に分散させた相転移発熱層5を有する定着ローラである。この粒子3は、結着剤溶液中で還元することにより形成された凝集塊である。



## 1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子を結着剤に分散させた相転移発熱層を有する定着ローラにおいて、前記粒子は、結着剤溶液中で還元することにより形成された凝集塊であることを特徴とする定着ローラ。

【請求項2】 非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子を結着剤に分散させた相転移発熱層を有する定着ローラの製造方法において、

前記相転移発熱層の形成工程は、還元することにより相転移発熱材料となる原材料と還元剤とを結着剤溶液中で混合する混合工程、前記混合物を反応させて相転移発熱材料の凝集塊を粒子状に析出させる粒子析出工程、前記混合物をローラの表面又はローラの内部の少なくとも一部に塗布する塗布工程、を含むことを特徴とする請求項1に記載の定着ローラの製造方法。

【請求項3】 前記原材料は、二酸化セレンであることを特徴とする請求項2に記載の定着ローラの製造方法。

【請求項4】 前記還元剤はハンドロキノン類又はヒドラジン類から選択された少なくとも一つであることを特徴とする請求項2又は請求項3に記載の定着ローラの製造方法。

【請求項5】 前記結着剤溶液は、ポリイミド前駆体を含むことを特徴とする請求項2～請求項4のいずれか1項に記載の定着ローラの製造方法。

【請求項6】 非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子をポリイミドに分散させたポリイミドからなる相転移発熱層とその上に形成された表面保護層とを有する定着ローラの製造方法において、ポリイミド前駆体溶液中で還元されて形成された相転移発熱材料の粒子が含まれたポリイミド前駆体分散液を支持体に塗布して相転移発熱層を形成後、該相転移発熱層を前記相転移発熱材料の融点以下の温度で予備加熱し、ついで表面保護層を付与後、前記相転移発熱層を加熱してイミド化することを特徴とする定着ローラの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、複写機、プリンター、ファクシミリ等の定着装置に使用される定着ローラ及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】一般に、電子写真式の複写機、プリンター、ファクシミリなどでは、現像された画像の定着に、定着ローラと加圧ローラとからなる定着装置を用いている。この定着装置では、トナーが転写されて現像された印刷用紙が定着ローラと加圧ローラとの間のローラ間に

## 2

挿通されるものである。これにより、画像を形成するトナーが加熱熔融（軟化）されて印刷用紙上に融着して定着される。

【0003】この種の定着ローラとして、本件出願人は、中空筒状の芯金の外周に、非晶相と結晶相との間で相転移が可能な相転移発熱材料により相転移発熱層を設け、その相転移発熱層を保護層で被覆する構成の定着ローラを提案した（例えば、特開平7-140823号公報を参照）。この定着ローラによれば、主熱源からの加熱による昇温を利用して定着ローラの外周面の温度が定着に要求される温度（所定温度）に達するまでの間に、相転移発熱層において非晶相から結晶相への相転移による熱エネルギー（結晶化エネルギー）を発生させている。これにより、定着ローラ外周面の温度上昇が主熱源のみの温度上昇よりも促進される。この定着ローラを用いれば、ウォーミングアップ時間の短縮が図られ、また省電力化が図られるので期待される。

【0004】このような観点から、出願人は、トナーの定着という機能を満たし、省エネルギーを行うには、トナーの軟化温度より高めでなるべく低い融点を有する材料がよいことを提案し、これを満足する材料としてSeを主成分としたカルコゲンやカルコゲナイド合金、PETやPBT等の有機高分子、ビスフェノールAの誘導体などの低分子有機物が実用的であることも明らかにしてきた。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような定着装置を繰り返し使用するには、相転移発熱材料は非晶相から結晶相へ、結晶相から非晶相へと順次、融解・結晶化を繰り返すことになる。ところが、融点以上になると、ローラ芯金上に薄層で形成された相転移発熱材料は、表面エネルギーにより凝集してしまい、ローラ表面形状に凹凸が生じて、ローラとして使用するには不適切となる場合がある。それ故、これらの相転移発熱材料は、融解により互いに凝集しないように結着剤により被覆分散させて相転移発熱材料を相互に孤立させておくことが望ましい。また、このように構成された相転移発熱層は、熱伝導性がよいことが望ましい。

【0006】そこで出願人は、発熱材料の結晶相の熱伝導率よりも高い良伝導材料を相転移発熱材料に混合したり、結着剤の中に分散させて熱伝導率を大きくすることを提案している（例えば、特開平9-34297号公報参照）。そして、用いられる結着剤は相転移発熱材料の融点以上の温度に対して熱的に安定でなければならない。そうした結着剤としては、フッ素樹脂やポリイミド樹脂、エポキシ樹脂などが挙げられる。これらの中で、ポリイミド樹脂は、耐薬品性が良好で、これらの結着剤には適した材料であるが、結着剤中に粉碎された粒子を分散させる方法は極めて限られており、良好な相転移発熱層（膜）を得るのが非常に困難であった。

【0007】本出願人は、このような観点から、多孔質のフッ素樹脂PTFE中に、蒸着によって相転移発熱物質を含浸させる方法を提案している（例えば特願平7-144129号明細書参照）。また、多孔質のフッ素樹脂被膜支持体を、相転移発熱材料を含む溶液中に浸して相転移発熱材料を析出させる方法も提案している。

【0008】また、分解すると相転移発熱材料となる原材料を塗布液中に分散させて、塗布後、加熱によりこの原材料を分解させて相転移発熱材料を析出する方法も検討した。しかしながら、この方法による定着ローラを用いると、折角発熱した熱量が定着温度に達する前に散逸してしまって効率が下がって低下するという問題点があった。これは、この方法により析出する粒子の粒子径が微粒子すぎることによって起因しているものと推定され、これにより相転移発熱材料の結晶化発熱温度が低下するものと考えられる。

【0009】一方、本出願人は、相転移発熱材料を例えば、0.5mm以下に機械的粉碎することにより、相転移発熱材料の結晶化発熱温度領域を広げることができ、この粉碎された相転移発熱材料を用いた定着ローラは、低い温度から加熱が促進され、結果として加熱促進効果が優れていることを見いだしている（例えば特願平9-8607号明細書参照）。

【0010】しかしながら、この粉碎された相転移発熱材料を結着剤中に分散させる方法は限られており、良好な相転移発熱層を得るのが困難であった。

【0011】本発明は、上記の事情を考慮して為されたもので、非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子を結着剤に分散させた相転移発熱層を有する定着ローラにおいて、結晶化発熱温度領域を広げることができ、これにより加熱促進効果が優れた定着ローラと良好な相転移発熱層を有する定着ローラの製造方法を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、請求項1の発明は、非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子を結着剤に分散させた相転移発熱層を有する定着ローラにおいて、前記粒子は、結着剤溶液中で還元することにより形成された凝集塊であることを特徴とする定着ローラである。

【0013】この相転移発熱層は、非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料が用いられているので、立ち上がり時の加熱促進が図られる。また、この相転移発熱材料の粒子は結着剤に分散されているので、この粒子の熔融、結晶化のサイクルが繰り返されてもこの粒子の凝集は起こらない。また、この粒子は結着剤溶液中で還元することにより得られるので、この粒子は結着剤によく分散されている。これによりこの粒子は結着剤によりよく結着されるので、良好な

相転移発熱層（膜）が得られる。また、この粒子は凝集塊であるので粒径（粒度）分布を有することにより結晶化発熱温度領域に幅が生じて定着ローラの表面温度の良好な立ち上がりを得ることができる。

【0014】請求項2の発明は、請求項1に記載の定着ローラの製造方法において、前記相転移発熱層の形成工程は、還元することにより相転移発熱材料となる原材料と還元剤とを結着剤溶液中で混合する混合工程、前記混合物を反応させて相転移発熱材料の凝集塊を粒子状に析出させる粒子析出工程、前記混合物をローラの表面又はローラの内部の少なくとも一部に塗布する塗布工程、を含むことを特徴とする定着ローラの製造方法である。

【0015】還元することにより相転移発熱材料となる原材料と還元剤とが結着剤溶液中で混合されると、原材料は還元されて相転移発熱材料となり、凝集塊として結着剤溶液中に析出され、結着剤中に相転移発熱材料が分散された分散物が形成される。この分散物は適宜の段階でローラの表面又はローラの内部の少なくとも一部に塗布されて相転移発熱層が形成される。これにより、相転移発熱材料の粒子が結着剤中に分散された相転移発熱層が形成される。この相転移発熱層では、相転移発熱材料の粒子が分散された状態で塗布されて形成されるので、塗布層内部では相転移発熱材料が分散されている。また、この粒子は凝集塊であるので粒径（粒度）分布を有することにより結晶化発熱温度領域に幅が生じて定着ローラの表面温度の良好な立ち上がりを得ることができる。

【0016】請求項3の発明は、前記原材料は、二酸化セレンであることを特徴とする請求項2に記載の定着ローラの製造方法である。

【0017】原材料である二酸化セレンは、結着剤溶液に分散され、この二酸化セレンは結着剤溶液中で還元されて粒子状のセレンが凝集塊となって析出する。このセレン粒子は、攪拌混合などにより分散されて湿式法などの塗布法により相転移発熱層を形成することができる。また、このセレンは良好な相転移発熱材料である。

【0018】請求項4の発明は、前記還元剤はハンドロキノン類又はヒドラジン類から選択された少なくとも一つであることを特徴とする請求項3に記載の定着ローラの製造方法である。

【0019】これらの還元剤を用いることによりセレンは良好な析出凝集塊となり粒子状として析出される。この凝集塊は結着剤中に分散されやすいので、湿式法などの塗布法により容易に相転移発熱層を形成することができる。

【0020】請求項5の発明は、前記結着剤溶液は、ポリイミド前駆体を含むことを特徴とする請求項2～請求項4のいずれか1項に記載の定着ローラの製造方法である。

【0021】ポリイミドは良好な耐熱性の結着剤であ

5

り、前駆体を用いることで溶液塗布が容易となる。また、相転移発熱材料の粒子が強固なポリイミド膜により被覆されているので、相転移発熱材料の熔融、結晶化サイクルが繰り返されても相転移発熱材料の凝集が起こらない。

【0022】請求項6の発明は、非晶相から結晶相への相転移の際に熱エネルギーを発生する相転移発熱材料の粒子をポリイミドに分散させたポリイミドからなる相転移発熱層とその上に形成された表面保護層とを有する定着ローラの製造方法において、ポリイミド前駆体溶液中で還元されて形成された相転移発熱材料の粒子が含まれたポリイミド前駆体分散液を支持体に塗布して相転移発熱層を形成後、該相転移発熱層を前記相転移発熱材料の融点以下の温度で予備加熱し、ついで表面保護層を付与後、前記相転移発熱層を加熱してイミド化することを特徴とする定着ローラの製造方法である。

【0023】相転移発熱材料の粒子が強固なポリイミド膜により被覆されているので、相転移発熱材料の熔融、結晶化サイクルが繰り返されても相転移発熱材料の凝集が起こらない。

【0024】このように構成すれば、ポリイミド前駆体を用いることで、相転移発熱材料の粒子を分散するのが容易となり、また、湿式塗布法で層を形成できるので相転移発熱層を任意の形態に加工することが容易となる。これにより、相転移発熱材料の粒子が分散された良好な相転移発熱層が形成される。

【0025】また、ポリイミド前駆体は相転移発熱材料の融点以下でもイミド化させることができるので、予備加熱により相転移発熱材料が融ける前に相転移発熱層の固定化ができる。この表面に保護層を付与することにより、表面に保護層を有する定着ローラが容易に製造される。

【0026】

【発明の実施の形態】以下、本発明の定着ローラの実施の形態を図を参照しつつ説明する。

【0027】本発明の定着ローラは、主熱源からの加熱による昇温を利用して材料内部に蓄えられたエネルギーを熱の形で放出することにより、主熱源のみの昇温よりも急速に表面温度を立ち上げる原理を応用したものであり、加熱定着装置などの定着ローラとして利用される。

【0028】この定着ローラ1は、例えば、図1に示すように中空筒状の芯金2を有する。その芯金2の材料には例えばアルミニウム、その合金、ステンレスなどが使用されている。芯金2の外周には相転移発熱層5が形成されている。この相転移発熱層5は、結着剤溶液中で還元することにより形成された凝集塊から構成される粒子3が結着剤4中に分散されて形成されている。この凝集塊の製造例は、定着ローラの製造工程例の全体として図2に示され、その詳細は後述される。

【0029】相転移発熱層5の外周には保護層6が形成

6

されている。保護層6は相転移発熱層5を被覆封止して粒子3が熔融状態のときに流出するのを防止すると共に、トナーなどとの粘着を防止するための離型性を有している。この定着ローラ1には接着層、通電発熱層、絶縁層などが必要に応じて追加されていてもよい。

【0030】この定着ローラ1では、定着ローラ1の外周をトナー定着温度にまで昇温させると共に、結晶化した相転移発熱層5を加熱して熔融させるための主熱源が配備されている。この例では、芯金2内部の中空部7に、主熱源（図示を省略する）が設けられる。この主熱源としては例えばハロゲンランプ、赤外線ランプ、ニクロム線などのヒータが例示される。通電することにより発熱する通電発熱層であってもよい。

【0031】本発明に用いられる相転移発熱材料とは、相転移に伴い発熱する材料である。このような材料は、一般に熔融状態から急冷により非晶質化するためであって、その非晶質化状態の物質（非晶相）を昇温すると結晶化（結晶相を形成）する、いわゆる非晶質化可能領域のある物質である。

【0032】これらの相転移発熱材料は非晶相から結晶相への相転移の際に発熱するが、この結晶化温度は物質に固有の温度であるので、結晶化の開始温度と終了温度は使用する相転移発熱材料によって決まってしまう。また、結晶化温度はエネルギー的に準安定状態である非晶相から、より安定な結晶相へ転移する温度であり、物質によって決まる融点とガラス転移点との間にある。この融点は、一度発熱させた物質を再度非晶質化させて初期化させるために重要な特性であり、トナーの軟化融着する定着温度以上であり、省エネルギーの観点からなるべく低い温度である方が望ましい。

【0033】このような性能を有する相転移発熱材料は、例えば特開平9-34297号公報にその一例が詳細に記載されている。周期律表第III族～第VI族から選択された非晶質化可能領域を有するものが好適な例として例示され、これらは単独でも多元系でもよい。これらの中でもカルコゲン（Se、Te、S）を主成分としたカルコゲン、カルコゲナイド化合物、特に、Seを主体とするアモルファス材料は、急速に結晶化して発熱し、また、結晶化の際の発熱エネルギーも大きいので好適な材料である。

【0034】本発明においては、これらの相転移発熱材料は、酸化状態のものが原材料として用いられる。酸化状態にある原材料、すなわち、還元することにより相転移発熱材料となる原材料（以下単に原材料という）は結着剤溶液中で分散又は溶解された状態で還元剤と混合される。還元剤の溶液中に原材料を溶解させた結着剤を添加することにより両者を混合してもよい。この原材料は、結着剤溶液中で還元されて相転移発熱材料となる。これと同時にこの相転移発熱材料は凝集塊として粒子状に析出する。この還元反応は、必要により加熱により促

進される。後述されるように、この加熱は、相転移発熱層の形成過程での乾燥工程で行うこともできる。

【0035】このような性質を有する原材料としては、結着剤溶液中で溶解されるか分散されること、また、反応して生成した還元物としての相転移発熱材料が結着剤溶液中で不溶となるなどして析出する材料の構成が、原材料と、結着剤の種類、その溶媒、還元剤の種類などを考慮して適宜に設定される。

【0036】結着剤は、水又は有機溶媒に溶解又は分散された状態で提供されるので、これらの水又は有機溶媒に溶解するか、又は微分散される原材料が選択される。このような性質を有する原材料として、無機のセレン化合物が好適な材料として例示される。この無機のセレン化合物は多くの有機溶媒に可溶であり、また還元によりセレンを遊離して析出させる。得られたセレンは、急速に結晶化して発熱し、また、結晶化の際の発熱エネルギーも大きい好適な相転移発熱材料となる。

【0037】このようなセレン化合物は、二酸化セレン、亜セレン酸、ハロゲン化セレンなどが挙げられる。二酸化セレンは、後述される還元剤との組み合わせにより凝集した粒子が析出されるのでよい。またこのものは、高純度のものが容易に入手できる。

【0038】本発明に用いられる相転移発熱材料の粒子は、これらの材料が結着剤溶液中で還元されることにより形成されたものである。ここで、還元されることにより形成されたものとは、上述の原材料を還元剤と共に混合するなどして還元反応を進行させることにより、生成した相転移発熱材料が結着剤溶液中に微粒子として析出されたものを意味する。この微粒子は凝集塊となり粒子径に分布を有する。それ故、後述する実施例により明らかとなるように広い結晶化温度領域を得ることになる。この広い結晶化領域を有する粒子を用いると、定着ローラの加熱促進が図れる。

【0039】用いられる還元剤としては得られた定着ローラの使用に支障がなければいかなる還元剤を用いてもよい。本発明に用いられる還元剤としては、例えばフェノール類、ヒドロキノン類、アミン類、ジアミン類、ヒドラジン類、アルデヒド類などを挙げることができる。トリメチルヒドロキノン、テトラメチルヒドロキノン、2, 5-ジ-tert-ブチルヒドロキノンなどのアルキルヒドロキノン、クロロヒドロキノン、ブロモヒドロキノンなどのハロゲン化ヒドロキノンなどのヒドロキノン類やヒドラジン、サリシロイルヒドラジド、アセチルフェニルヒドラジンなどのヒドラジン類は、原材料が分散又は溶解された結着剤溶液に添加することにより、容易に、かつ、効率よく原材料を還元して相転移発熱材料を析出させることができる。これらの還元剤は単独で用いても混合されて用いてもよい。

【0040】一方、本発明による結着剤4とは、相転移発熱材料の粒子3が非晶質化のために熔融されても、そ

の結着剤4の作用により粒子3が粒子形態を保持できる形態保持材料である。このためには、粒子3が熔融された高温状態で、結着剤4は、熔融したり、分解したりしない材料であることが望ましい。このような材料としては、架橋型高分子や高融点高分子などが例示され、フッ素樹脂、ポリイミド樹脂、エポキシ樹脂等が具体的に例示される。

【0041】これらの中で、ポリイミドは耐熱性や耐薬品性が良好で、結着剤には適した材料ではあるが、相転移発熱材料を結着剤中に分散する方法は極めて限られており、良好な相転移発熱層を得るのが一般的に非常に困難である。本発明では、イミド化していない前駆体を用いることにより、相転移発熱材料を結着剤中に分散させることができることを見いだしている。

【0042】ポリイミドは通常特殊な蒸着重合法により製造されるものが多いが、イミドのモノマーから重合される際、溶剤中で重合され、溶液のまま提供される中間体を經由する。この中間体は加熱することにより、水を生成してイミド化反応が終了し、ポリイミドを生成するのでポリイミド前駆体と呼ばれている。このポリイミド前駆体の溶液に相転移発熱材料の粒子を分散させ、加熱等により脱水しながらイミド化を完了させると強固なポリイミド膜を生成する。この膜は、粒子が被覆された状態で、内部の相転移発熱材料を非晶質化させるために相転移相転移発熱材料を熔融させても、その塗膜が熔融されたり、分解されたりせずに形態を保つことにより初期の粒子形態を保持させることができる。このポリイミド前駆体は、この性質を利用することにより、良好な分散膜を形成することが可能である。

【0043】このようなポリイミド前駆体は、全芳香族ポリアミド酸、ポリアミク酸などのポリイミド前駆体の溶液として耐熱絶縁ワニス用などとして市販されている。全芳香族ポリイミド系ワニスは、特に結着性、耐熱性が優れているので好ましく用いられる。このような前駆体は、希釈することができ、これにより後述される相転移発熱材料を分散させるに適正な粘度に調製することが容易である。これにより、相転移発熱材料の粒子を容易に分散させることができ、相転移発熱材料が分散された分散塗液とすることができる。これらの溶媒としては、N-メチル-2-ピロリドン、ジメチルアセトアミド、芳香族炭化水素などが使用されている。

【0044】このような結着剤中で相転移発熱材料の凝集塊を析出した分散液は、公知のスプレー法、浸せき法、スピナーオンなどの手法により例えば、厚み0.1 mm程度の層としてローラを形成する芯金の表面又は内部などの任意の位置に塗布され、乾燥されることにより相転移発熱層5とすることができる。これにより、接着剤の塗膜4で相転移発熱材料の粒子3が内部に強固に封じ込まれて形態が保護された相転移発熱層5が得られる。

【0045】結着剤と原材料と還元剤とが混合され、まだ十分に原材料が還元反応されていない状態でも、上述の湿式コート法により塗布することができる。この場合、得られた層の乾燥工程において、相転移材料は凝集塊として析出する。

【0046】結着剤としてポリイミド前駆体を用いる場合には、塗布法により成形後、熱処理を行えばイミド閉環してポリイミドとすることができる。また、この塗膜は、相転移発熱材料の融点以下の温度、例えば、120℃程度の温度で予備加熱すると比較的安定な塗膜を得ることができる。この予備加熱は、結着剤中の溶剤を除去する乾燥工程を兼ねることができる。例えば60℃程度の低温乾燥と、100℃程度の高温乾燥によることもできる。この予備加熱後に、保護層付与などの任意の加工をすることができる。これにより、相転移発熱材料の粒子3が融ける前に相転移発熱層5の固定化することができる。

【0047】また、イミド化反応は、脱水反応であることにより、発生ガスを除去することは必要である。これは加熱中に減圧することで実現できる。保護層6などの層を付与後にイミド化反応を完結するには、減圧のために一端を開放することが必要となる。これにより、相転移発熱層5中に水分が残存することなく、また、内部に気泡などが無い相転移発熱層5を得ることができる。また、内部を減圧にしながら、開放端を封止すれば、内部に気泡のない定着ローラが得られる。このような定着ローラは、ローラの成型時、使用時の加熱により気泡発生等に基づく変形が少なくなる。

【0048】この相転移発熱層5、保護層6などの他の層には、さらに必要に応じて他の添加剤を添加してもよい。例えば、カーボンブラックなどの熱伝導のよい材料（良熱伝導材料）を結着剤に配合させることにより、相転移発熱層の伝熱率を上昇させて、ローラの表面温度を所望温度まで上昇させることを促進できる。

【0049】以下に実施例により詳細に説明する。

【0050】（参考例1）

（試料の機械的粉碎）熔融水中ショット法で調製された高純度Se（純度99.999%）ペレットを粉碎機で粉碎させ、得られた粉末を0.5mm以上の塊、0.2～0.5mmの粉、0.1mm未満の微粉に分級する。各々の試料を毎分10℃の昇温速度の条件により熱分析DTAを行い、測定データを図3～図5に示す。

【0051】0.5mm以上の塊は、図3に示すように、140℃にシャープなピークを有する結晶化発熱ピークPcを示している。これに対して機械的に微粉碎した粒径0.5mm未満の試料では、図4、図5にそれぞれ示すように、140℃のピークに加え、低温側の110℃に比較的大きな発熱量を有する発熱ピークPcを認めることができる。これにより、この機械的に粉碎された試料は、低温側から高温側まで広い範囲の発熱

領域を有する材料であることが理解され、粒径をコントロールするという簡単な構成により結晶化開始温度がコントロールできることが理解される。

【0052】（定着ローラの作製）粒径が0.2mm未満の材料を熱伝導性の分散剤を分散したエポキシ系接着剤（熱伝導性形態保持材料）中に分散して塗液とした。この塗液を用い、外径20mmのA1芯金の上に均一に塗布し乾燥させて厚さ0.5mmの相転移層を形成させた。その後、保護層としてのフッ素樹脂PFAの熱収縮チューブで相転移層を被覆封止してローラ番号Aの定着ローラを作製した。

【0053】同様の0.2mm未満の粉碎された材料を熱伝導性の分散剤を分散した熱可塑性ポリイミド系接着剤中に分散し、乾燥粉碎して熱伝導性形態保持材料で被覆された粉体を得た。ついで、この粉体を外径20mmのA1芯金の上に均一に静電塗装して厚さ0.5mmの相転移層3を形成させた。その後、保護層としてのフッ素樹脂PFAの熱収縮チューブで被覆封止してローラ番号A'の定着ローラを作製した。

【0054】次に、イソフタル酸ジフェニルの誘導体（結晶化ピーク温度70℃、融点210℃）を投入した蒸着源を通電加熱して、外径20mmのA1芯金の上に真空蒸着させ厚さ0.5mmの相転移層を形成させた。以後、上記と同様に保護層を形成させてローラ番号Bの定着ローラを作製した。

【0055】同様のSe材を使用し、外径20mmの芯金の外周に真空蒸着法により厚さ0.5mmの相転移層を形成させた。以後、上記と同様に保護層を形成させてローラ番号Cの定着ローラを作製した。

【0056】同様に、イソフタル酸ジフェニルの誘導体（結晶化ピーク温度70℃、融点210℃）、ビスフェノールAに炭酸ジフェニル付加した3～5量体の誘導体（Tc 100℃、融点215℃）を別々の蒸着源として投入して両者の蒸着源を通電加熱して、外径20mmのA1芯金の上に真空蒸着させ厚さ0.5mmの相転移層を形成させた。以後、上記と同様に保護層を形成させてローラ番号Dの定着ローラを作製した。

【0057】これらの定着ローラ（A～D）をリコー製電子写真複写機M210の定着装置に組み込み、ヒータ電力960Wで加熱しながら定着ローラの外周面の温度上昇状況を測定した。なお、これらのローラA～Dは、組み込みに先立ち、それぞれの融点以上（ローラA、A'、Cは250℃、ローラB、Dは230℃）に加熱後、毎分10℃以上の冷却速度で急冷して相転移発熱層を非晶質状態としている。その結果を図6に示す。

【0058】図6から明らかなように、低温域相転移発熱材料を単独使用したローラBでは、昇温に従い、はやい段階で昇温の促進効果が認められるが、トナー定着温度付近で息切れして昇温促進効果が得られていない。

【0059】高温域相転移発熱材料を単独使用したロー



ラCでは、結晶化開始温度が高いため、昇温促進効果が発揮される時期が遅く、また、オーバーヒートが観測される。

【0060】また、2種の相転移発熱材料を用いたローラDでは、2段階のステップ状昇温となっている。

【0061】これに対して、機械的粉碎された試料を用いたローラA、A'では、表面温度は低温側結晶化温度の結晶化開始温度から昇温が促進され、高温側結晶化温度の結晶化終了温度に至る所定温度まで連続的に滑らかな形で昇温されている。これにより、機械的粉碎された試料を用いた定着ローラ1がウォームアップ時間を短縮するのに有効であることが理解される。

【0062】また、このローラA、A'では、微粒子は熱伝導性形態保持材料で被覆されて互いに接触しないように保護、分離されている。これにより、繰り返して利用しても粒子同志が相溶化することがなく、常に一定の粒径を保持することができる。また、内部で発熱された主熱源の熱を良好に伝導できる。

【0063】以上から、相転移発熱材料の粒子径をコントロールすることにより発熱域を制御することができることが理解される。例えば、粒子径を小さくすることにより低温域でより多くの発熱を伴う材料とすることができる。また、この試料は低温側から高温側まで広い範囲で昇温を促進させる材料として有効に利用されることが理解される。

【0064】(実施例1) 銅精錬から生じるスラッジを焙焼して精製された高純度二酸化セレン $\text{SeO}_2$ の90重量部を、樹脂固形分10重量部の比率で溶液濃度20%に希釈したポリイミド前駆体溶液に混合する(混合工程)。ついで、得られた混合液に、トリメチルハイドロキノン

を添加し、セレンの微粒子を析出させた(粒子析出工程)。このセレンの微粒子は凝集塊となり、後述される比較例1の微粒子に比較して粒径に分布を有していた。

【0065】この混合液を攪拌して凝集塊を略均一に分散させた状態で外径20mmのアルミニウムからなる円筒支持体芯金の表面にスプレー塗装した(塗布工程)。ついで、このワークを60度Cで乾燥して厚さ100 $\mu\text{m}$ の相転移発熱層を形成した。

【0066】その後、その相転移発熱層5にフッ素樹脂PFA(パーフルオロアルコキシ)の熱収縮チューブを被せて一端を封止し、他端を開放させた状態でその開放端からロータリーポンプで減圧しながら、徐々に300度Cまで加熱した。その後、この開放端を封止することにより相転移発熱層5を被覆封止した保護層6を形成した。

【0067】ついで、このワークを毎分10度C以上の冷却速度で急冷して実施例1の定着ローラを作製した。

【0068】(実施例2) トリメチルハイドロキノンに代えてサリシロイルヒドrazilドを還元剤として用いた以

外は実施例1と同様にして実施例2の定着ローラを得た。

【0069】(実施例3) トリメチルハイドロキノンに代えてヒドラジンを還元剤として用いた以外は実施例1と同様にして実施例3の定着ローラを得た。

【0070】(対照例1) 実施例1と同じ高純度二酸化セレン $\text{SeO}_2$ を含むポリイミド前駆体溶液に、硫化水素( $\text{H}_2\text{S}$ )ガスを吹き込み、硫化セレンの微粒子を析出させた。この硫化セレンの微粒子は実施例1の微粒子に比較して細かく、かつ、粒子径が均一であった。

【0071】この析出液を攪拌して粒子を略均一に分散させた状態で外径20mmのアルミニウムからなる円筒支持体芯金の表面にスプレー塗装した。ついで、このワークを60度Cで乾燥した後、100度Cまで加熱して相転移発熱層5を形成した。

【0072】その後、実施例1と同様にして保護層6を形成し、急冷して対照例1の定着ローラを作製した。

【0073】(対照例2) 参考例1により機械的に粉碎されたSe材を直接、溶液濃度20%に希釈したポリイミド前駆体溶液に分散させた分散液を用いた。この分散液を攪拌して粒子を略均一に分散させた状態で外径20mmのアルミニウムからなる円筒支持体芯金の表面にスプレー塗装し、ついで、実施例1と同様の工程により対照例2の定着ローラを作製した。

【0074】これらの実施例1~3及び対照例1、2で得られたローラを株式会社リコー製電子写真複写機M210の定着装置に組み込み、芯金内に設置してあるハロゲンヒータ電力960Wで加熱しながら実機内のローラ表面温度の上昇状況を調べてた。

【0075】対照例1により得られたローラとその他のローラとの対比から、相転移発熱層を設けることにより、ローラの立ち上がり時間が短縮されることが認められる。また、実施例1~3と比較例1~4との対比から、この発明に従う光照射され、表面に良伝導材料を析出させたローラは、いずれも立ち上がり時間が短縮されて昇温速度が促進されていることが認められる。

【0076】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、以下の効果が期待できる。

【0077】請求項1の発明によれば、結晶化発熱温度領域を広げることができ、これにより加熱促進効果が優れた定着ローラが提供される。

【0078】請求項2の発明によれば、相転移発熱材料の粒子が結着剤中に分散された相転移発熱層が形成される。この相転移発熱層では、相転移発熱材料の粒子が凝集された状態で分散されている。また、この粒子は凝集塊であり、これにより、請求項1に記載の定着ローラ的好適な製造方法が提供される。

【0079】請求項3の発明によれば、相転移の際の発熱量の多い粒子状のセレンが結着剤に分散された定着ロ



13

ーラの製造方法が提供される。

【0080】請求項4の発明によれば、良好な凝集塊が結着剤中に分散された相転移発熱層を有する定着ローラの容易な製造方法が提供される。

【0081】請求項5の発明によれば、耐熱性の良好なポリイミドを結着剤とした定着ローラが提供される。

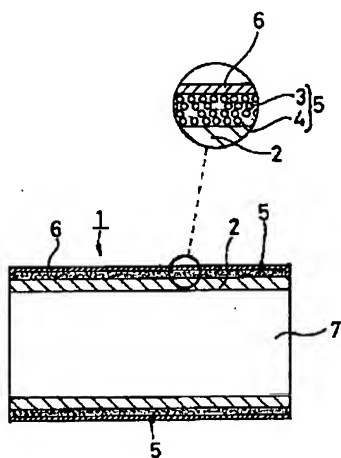
【0082】請求項6の発明によれば、相転移発熱材料の粒子をポリイミドに分散させたポリイミドからなる相転移発熱層とその上に形成された表面保護層とを有する定着ローラの容易な製造方法が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の定着ローラ1の層構成の一例を示す縦断面図である。

【図2】 定着ローラの製造工程の一例を示す工程図である。

【図1】



14

【図3】 参考例による非晶質物質の結晶化発熱特性を示すDTA曲線図である。

【図4】 参考例による非晶質物質の結晶化発熱特性を示すDTA曲線図である。

【図5】 参考例による非晶質物質の結晶化発熱特性を示すDTA曲線図である。

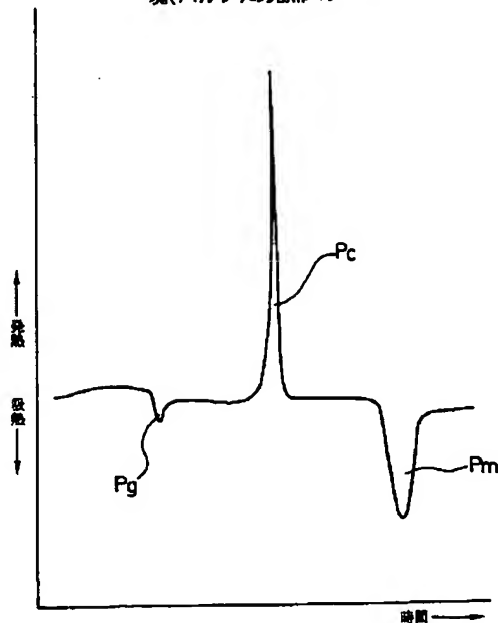
【図6】 参考例による定着ローラの昇温特性を説明するための時間-温度曲線図である。

【符号の説明】

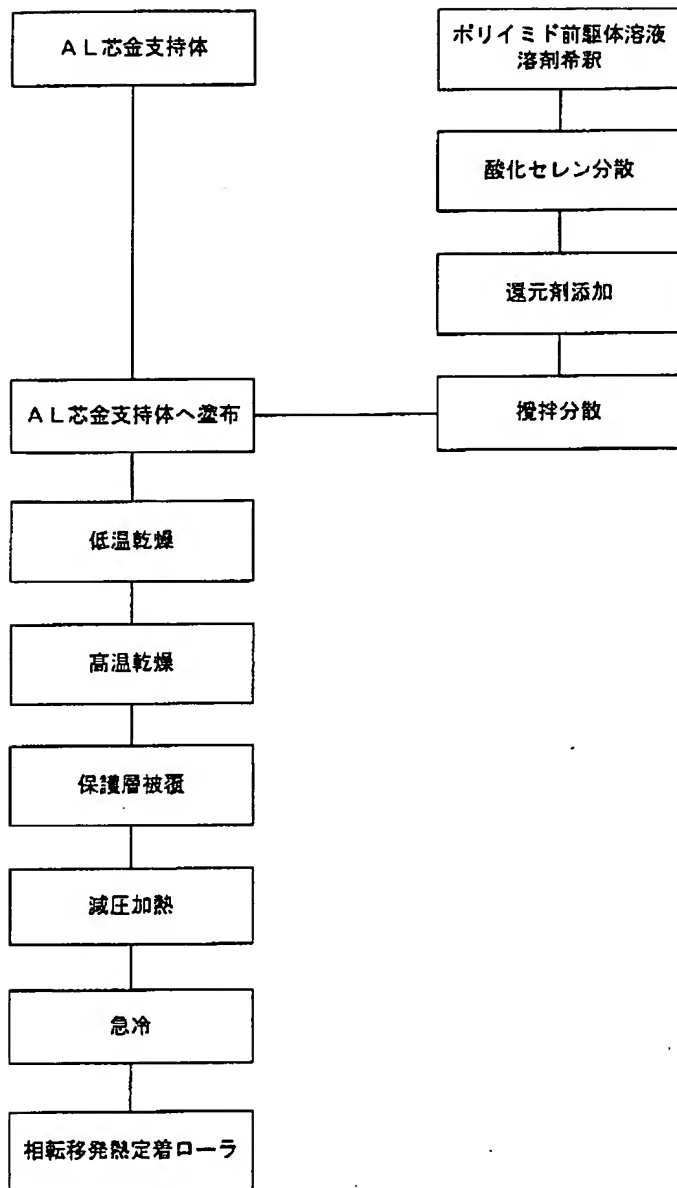
- 10 1…定着ローラ  
2…芯金  
3…粒子  
4…結着剤  
5…相転移発熱層  
6…保護層（表面層）

【図3】

塊(バルク)の発熱パターン

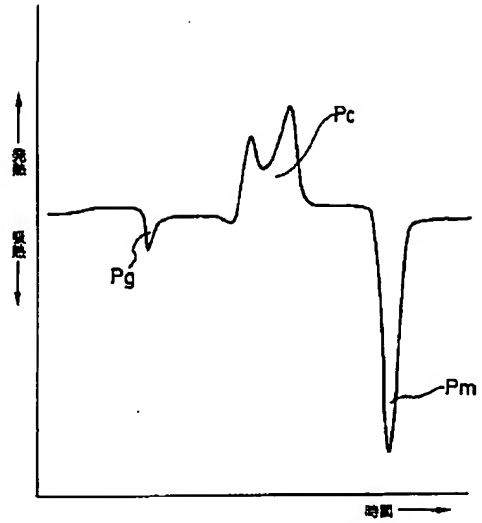


【図2】



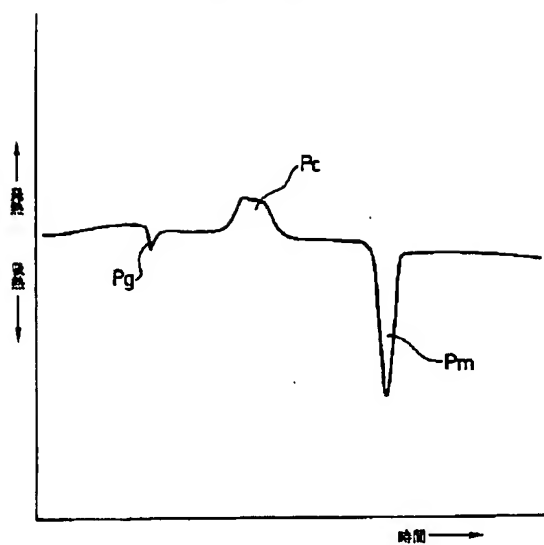
【図5】

粉の発熱パターン



【図4】

微粉の発熱パターン



【図6】

